






POLYMERIZATION OF CATIONIC MONOMERS

Patent number: FR2197897
Publication date: 1974-03-29
Inventor:
Applicant: CALGON CORP (US)
Classification:
- international: C08F1/13; C08F15/02; C02C3/00
- european: C02F1/54; C08F20/60; C08F36/20; C08F226/02
Application number: FR19730031222 19730829
Priority number(s): US19720285888 19720901

Also published as:

 NL7311320 (A)
 JP49064689 (A)
 GB1438719 (A)
 DE2344018 (A1)
 BE804315 (A)

Report a data error here

Abstract not available for FR2197897

Abstract of corresponding document: **GB1438719**

1438719 Flocculating sewage sludges CAL- GON CORP 28 Aug 1973 [1 Sept 1972] 40394/73 Heading C1C [Also in Division C3] Solids suspended in water (e.g. sewage sludges) may be flocculated by adding to the water 0A1 to 20 p.p.m. of a cationic water soluble copolymer of a cationic monomer and a water-soluble polyunsaturated monomer. The cationic monomer may have the general formula in which R 1 is H or CH 3 ; R 2 is H or C 1-4 alkyl; each of R 3 and R 4 is H, C 1-12 alkyl, benzyl, or hydroxyethyl, or R 3 and R 4 together with the nitrogen atom to which they are both attached, form a cyclic ring containing one or more hetero atoms; Z is the conjugate base of an acid with a dissociation constant greater than 10^{-3} ; X is -O- or imino; and A is an alkylene group; or the monomer may have the formula in which each of R 1 and R 2 is H or CH 3 ; R 3 is H, C 1-12 alkyl, or benzyl; R 4 is H, C 1-12 alkyl, benzyl or hydroxyethyl; and Z is as defined above. Examples of monomers of the above formula are dimethyl diallyl ammonium chloride, acryloxyethyl- and methacryloxy-ethyl trimethyl ammonium chloride, vinylbenzyl trimethyl ammonium chloride, methyl(vinyl pyridinium) ammonium chloride, 3-methacryloxy-2-hydroxy-propyl)trimethylammonium chloride and 3-acrylamido-3-methylbutyltrimethylammonium chloride. Examples of water-soluble polyunsaturated monomers are tri- and tetra-allyl ammonium salts, methylene bisacrylamide, polyallyl sucrose, and diallyl sorbitol. The polymers prepared in the examples are used to flocculate activated sewage sludge.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

1^{re} PUBLICATION

- 22 Date de dépôt 29 août 1973, à 15 h 16 mn.
41 Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — «Listes» n. 13 du 29-3-1974.
- 51 Classification internationale (Int. Cl.) C 08 f 1/13; C 02 c 3/00; C 08 f 15/02.
- 71 Déposant : CALGON CORPORATION, résidant aux États-Unis d'Amérique.
- 73 Titulaire : *Idem* 71
- 74 Mandataire : Cabinet Regimbeau, Corre, Paillet, Martin & Schrimpf.
- 54 Procédé de préparation de polymères cationiques solubles dans l'eau.
- 72 Invention de :
- 33 32 31 Priorité conventionnelle : *Demande de brevet déposée aux États-Unis d'Amérique le
1er septembre 1972, n. 285.888 aux noms de Janice Elaine Morgan et Jerry
Emile Boothe.*

L'invention concerne la préparation de polymères cationiques ayant à un degré surprenant une activité comme agents de déshydratation (décantation) de boues et certains autres emplois.

5 Les techniques de polymérisation eau-dans-huile décrites dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique N° 3 284 393 n'ont pas été étendues à des monomères cationiques comme les halogénures de diallyl-dialcoyl-ammonium. Le brevet expose qu'on peut utiliser la technique d'émulsion eau-dans-
10 huile pour préparer des polymères à partir de certains monomères solubles dans l'eau, mais il n'enseigne pas l'effet spécial d'une telle technique de polymérisation sur la réticulation de monomères, et n'a pas non plus reconnu que les monomères diallyliques en particulier sont exceptionnellement réceptifs aux techniques de polymérisation en émulsion eau-dans-
15 huile.

Le brevet des Etats-Unis d'Amérique N° 3 288 770 a décrit un procédé de polymérisation en suspension de chlorure de diméthyl-diallylammonium en utilisant l'éthylbenzène comme
20 solvant. Il n'y a ni agent tensio-actif ni émulsionnant présent dans cet exemple. Le procédé de polymérisation en suspension de ce brevet n'a jamais été utilisé commercialement parce qu'il ne procure aucun avantage sur le simple procédé de polymérisation en solution.

25 D'autre part, le procédé de polymérisation en suspension décrit dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique N° 2 982 749 n'a jamais été utilisé commercialement pour la préparation de polymères cationiques pour la même raison.

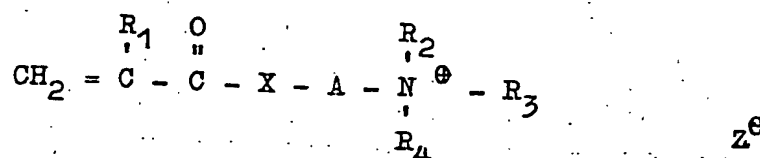
La Demanderesse a découvert qu'on peut préparer des
30 polyélectrolytes cationiques très efficaces comme flocculants par une polymérisation en émulsion inversée de monomères cationiques solubles dans l'eau en présence de comonomères non-saturés polyoléfiniques réticulants. Si on polymérise en solution ou en suspension des monomères cationiques, en incluant
35 les quantités de comonomères non-saturés polyoléfiniques réticulant utilisés selon la présente invention, le polymère résultant est réticulé et n'est pas efficace comme agent floccu-

2197897

lant ou déshydratant. L'emploi de la technique d'émulsion inversée selon l'invention permet d'utiliser des quantités relativement grandes de comonomères poly-insaturés en donnant néanmoins des produits solubles ou dispersibles dans l'eau.

Les monomères cationiques utilisables pour la mise en oeuvre de l'invention comprennent le chlorure de diméthyl-diallylammonium (qui n'est pas un agent réticulant) le chlorure d'acryloxyéthyl-triméthylammonium, chlorure de méthacryloxyéthyl-triméthylammonium, chlorure de vinylbenzyltriméthylammonium, chlorure de méthyl-(vinylpyridinium)-ammonium, chlorure de 3-méthacryloxy-(2-hydroxypropyl)-triméthylammonium, et le chlorure de 3-acrylamido-3-méthylbutyl-triméthylammonium.

On peut utiliser les monomères cationiques des formules suivantes :



dans laquelle

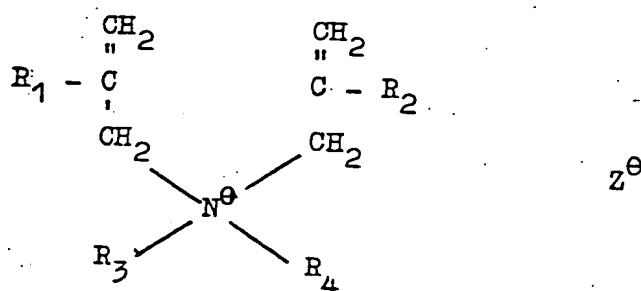
R_1 représente un atome d'hydrogène ou un groupe méthyle,

R_2 représente un atome d'hydrogène ou un groupe alcoyle jusqu'à C_4

R_3 et/ou R_4 représentent un atome d'hydrogène, un groupe alcoyle inférieur jusqu'à C_{12} , benzyle ou hydroxyéthyle, ou R_3 et R_4 peuvent former ensemble un cycle contenant un ou plusieurs hétéroatomes, et

Z représente la base conjuguée avec l'acide avec une constante de dissociation plus grande que 1×10^{-3} ,

A représente un groupe alcoylène, ou



formule dans laquelle

R_1 et R_2 représentent des atomes d'hydrogène ou des groupes méthyles,

5 R_3 représente un atome d'hydrogène, un groupe alcoyle jusqu'à C_{12} ou benzyle,

R_4 représente un atome d'hydrogène, un groupe alcoyle jusqu'à C_{12} , benzyle ou hydroxyéthyle, et

Z est défini comme ci-dessus.

10 Les comonomères réticulants et ramifiants employés dans ce procédé comprennent les sels de tri- et tétra-allyl-ammonium, le méthylènebisacrylamide, le divinylbenzène, le phtalate de diallyle, les éthers polyallyliques de composés polyhydroxylés, par exemple polyallylsucrose, diallylsorbitol, et autres composés polyoléfiniques non-saturés connus par
15 l'homme de l'art de la polymérisation radicalaire qui normalement conduisent (dans des systèmes autres que l'émulsion inversée) à la formation d'un réseau tridimensionnel quand on les utilise en fortes proportions. Une liste complète de tels produits applicables à l'invention serait prohibitivement
20 longue.

Tout composé polyoléfinique non-saturé qui conduit à un polymère insoluble quand on le copolymérise avec d'autres monomères par les méthodes de polymérisation en solution, en suspension ou en masse, peut être utilisé dans cette inven-
25 tion, comme partie d'un système de polymérisation soluble dans l'eau.

Le procédé pour produire ces compositions est similaire à celle de la technique de polymérisation en émulsion inversée de Vanderhoff & al. (loc.cit.) appliquée à des sys-
30 tèmes de polymérisation différents. Dans ce procédé on disperse certains monomères cationiques solubles dans l'eau et certains agents de réticulation avec addition d'un agent tensio-actif dans un hydrocarbure insoluble dans l'eau. On ajoute un catalyseur libérant des radicaux et on maintient la
35 température à un degré convenable jusqu'à ce que la polymérisation soit pratiquement complète. L'émulsion polymérisée est un fluide, blanc à demi-transparent. Selon l'agent tensio-

actif utilisé, l'émulsion peut être dissoute directement dans l'eau pour l'emploi ou on peut isoler le polymère par évaporation du solvant ou par précipitation du solvant.

5 Les caractéristiques spécifiques de l'invention sont illustrées par les exemples suivants, dont certains concernent des systèmes de polymérisation en solution cités à titre de comparaison.

- EXEMPLE 1 -

10 Polymérisation en solution de chlorure de diméthyl-
diallylammonium (CDMDAA)

Dans un ballon d'un litre à 4 cols, équipé avec un agitateur mécanique, un thermomètre, un condensateur et un tube de purge, on a chargé 492 g de CDMDAA aqueux à 55%. On a ajusté le pH à 6,0 avec de l'acide chlorhydrique dilué, on a chauffé à 50°C et on a purgé avec de l'azote pendant une
15 heure en agitant. On a ajouté 1 ml d'une solution à 5% d'éthylènediaminotétracétate de sodium (Na_4EDTA), puis 7 ml d'une solution à 75% de peroxyvalate de tertio-butyle dans de l'essence minérale. On a soulevé le tube de purge au-dessus
20 de la surface du liquide et on a maintenu une nappe d'azote pendant le reste de la réaction. La solution a commencé à polymériser en 15 à 30 minutes avec un léger dégagement de chaleur. On a maintenu la température en refroidissant extérieurement. A la fin de la troisième heure l'agitation est
25 devenue impossible à cause de la viscosité du milieu réactionnel. Après 18 heures à $50 \pm 2^\circ\text{C}$ la conversion en polymère a atteint 95%. Une solution à 1% de ce produit dans l'eau distillée était complètement exempte de gel insoluble.

- EXEMPLE 2 -

30 Polymérisation en solution de CDMDAA avec addition
de 0,1 mole% de chlorure de triallyl-méthylammonium

On a opéré comme dans l'Exemple 1 avec la différence qu'on a ajouté 0,1 mole% de chlorure de triallyl-méthylammonium au milieu réactionnel. En préparant une solution à 1%

du produit obtenu, il y a une dissolution partielle avec un reste insoluble sous forme d'un gel très hydraté. Ce matériau réticulé insoluble se distingue nettement des polyélectrolytes connus de l'homme de métier.

5 - EXEMPLE 3 -

Polymérisation en émulsion du CDMDAA

10 Dans un ballon d'un litre à 4 cols, équipé d'un agitateur, d'un thermomètre, d'un condensateur, d'un tube de purge et d'une enveloppe chauffante et d'un dispositif de régulation de la chaleur automatique, on a chargé 321,5 g de benzène, 138,5 g d'une solution aqueuse à 72,2% de CDMDAA et 40 g d'une solution aqueuse à 20% de sulfate sodique d'octylphénoxyéthoxy-2-éthyl. On a agité le mélange avec 170-180
15 tours par minute avec un agitateur à palette et on a chauffé à $50 \pm 1^\circ\text{C}$. On a purgé la suspension avec de l'azote pendant 1 heure. On a ajouté 1,4 ml d'une solution de 0,351 g d'hydrate de sulfate ferreux ammoniacal dans 100 ml d'eau puis 0,336 ml de peroxyphosphate de tertio-butyle (à 75% dans de
20 l'essence minérale). On a agité la solution pendant 20 heures à 50°C sous une nappe d'azote.

On a isolé le polymère par évaporation du benzène dans des conditions ambiantes. Le produit final était un solide vitreux. Une solution à 1% de ce polymère ne montrait
25 pas de présence de gel insoluble.

- EXEMPLE 4 -

Polymérisation en émulsion de CDMDAA, plus 0,4 moles % de chlorure de triallyl-méthylammonium

30 On a opéré comme dans l'Exemple 3 avec la différence qu'on a ajouté 0,4 moles% de chlorure de triallyl-méthylammonium à la solution de CDMDAA avant la polymérisation. Une solution à 1% du produit obtenu ne montrait pas de présence de gel insoluble.

- EXEMPLE 5 -

Polymérisation en solution de chlorure de 3-acrylamido-3-méthyl-butyltriméthylammonium (CMBTA)

On a utilisé l'équipement de l'Exemple 2. On a ajusté à pH 9,5 une solution de 262,5 g d'eau distillée, 150 g de CMBTA et on a chargé dans le réacteur. On a chauffé la solution de monomère à 35°C et on a purgé avec de l'azote pendant 1 heure. On a ajouté 0,263 ml d'une solution à 75% de peroxy-pivalate de tertio-butyle dans l'essence minérale (1,5 x 10⁻³ moles par mole de monomère). Après environ 25 minutes la polymérisation a démarré comme on l'a vu par l'augmentation de la viscosité et par une légère élévation de la température. On a maintenu la solution à 35°C ± 5°C pendant 4 heures. Une solution à 1% du polymère obtenu était complètement soluble.

- EXEMPLE 6 -

Polymérisation en solution de CMBTA avec 0,1 mole% de méthylène-bis-acrylamide

On a utilisé le procédé et l'équipement de l'Exemple 5 avec la différence qu'on a ajouté 0,1 mole% de méthylène-bisacrylamide (MBA). Une solution du gel final dans l'eau contenait beaucoup de gel très hydraté typique pour des polyélectrolytes réticulés. De plus fort taux de MBA donnent des quantités de gel progressivement plus fortes.

- EXEMPLE 7 -

Polymérisation en émulsion du CMBTA

Dans un ballon de 250 ml on a chargé 62 g de benzène et 20 g de CMBTA dissous dans 10 g d'eau et 8 g d'une solution aqueuse à 20% de sulfate sodique d'octyl-phénoxyéthoxy-2-éthyle. On a bouché le ballon avec un bouchon hermétique à travers lequel on a introduit deux aiguilles à injecter. On a placé le ballon sur un bain à température constante à 50°C et on a agité en secouant. On a purgé le ballon avec de l'azote

par l'aiguille à injecter (l'autre aiguille servant à la sortie du gaz). Après une heure on a retiré les aiguilles. On a injecté dans le ballon 0,28 ml d'une solution de 0,351 g d'hexahydrate de sulfate ferreux ammoniacal dans 100 ml d'eau, suivi d'une injection de 0,07 ml d'une solution à 75% de peroxyphosphate de tertio-butyle dans de l'essence minérale. On a agité à la température constante du bain pendant 20 heures. On a isolé le produit par addition de la solution benzénique à de l'acétone, on a filtré et on a séché. Une solution à 1% du produit final a montré une solubilité complète.

- EXEMPLE 8 -

Polymérisation en émulsion de CAMBTA avec 0,4 moles% de méthylène-bisacrylamide (MBA)

On a opéré comme dans l'Exemple 7, avec la différence qu'on a ajouté 0,4 moles% de MBA avant la polymérisation. Le polymère résultant était complètement soluble dans l'eau à 1%.

Les polymères selon l'invention sont utiles pour flocculer des particules solides dans les suspensions aqueuses, par exemple pour la clarification de l'eau. Dans ce but, on peut les ajouter aux suspensions aqueuses en des quantités aussi faibles que 0,1 à 20 ppm. Il se forme presque immédiatement une floculation qui décante en peu de temps en clarifiant ainsi l'eau.

Les polymères des Exemples 1 à 8 ont été testés au point de vue de leur capacité d'améliorer la vitesse de la séparation (décantation) de l'eau des boues activées d'eaux résiduelles. Il est connu que ces boues sont extrêmement difficiles à filtrer sur les filtres à vide couramment employés dans les traitements municipaux d'eaux résiduelles.

Le test de laboratoire utilisé pour simuler ces équipements est le test d'entonnoir Buchner. On traite une portion de la boue avec le polyélectrolyte. On verse sur le Buchner contenant un papier filtre standard et on applique un vide standard. Le temps nécessaire pour soutirer un volume

spécifique d'eau de la boue est utilisé comme mesure de l'efficacité du polymère. Plus le temps est court, plus le polymère est efficace dans cette application. Dans les tests cités dans le Tableau I, on a traité 500 ml de boue avec 100 ppm de polymère et on a noté le temps nécessaire pour collecter 400 ml de filtrat.

TABLEAU I

Résultat des tests à l'entonnoir Buchner

10	<u>Echantillons</u>	<u>Durée (secondes)</u>
	Exemple 1	277
	Exemple 2	>600
	Exemple 3	486
	Exemple 4	94
15	Exemple 5	>600
	Exemple 6	347
	Exemple 7	>600
	Exemple 8	125

20 Les résultats de ces tests démontrent que les polymères avec une haute performance ont été obtenus par le procédé de polymérisation en émulsion comprenant un agent de réticulation.

25 La quantité d'agent réticulant qu'on peut utiliser dans les polymérisations en solution, en suspension ou en masse est extrêmement faible. Si on essaie d'utiliser les quantités d'agents réticulants prévues dans cette invention on n'obtient que des gels insolubles dans les solvants. De tels matériaux n'ont aucune utilité comme polymères solubles

30 dans l'eau. Comme on le voit dans les exemples on obtient uniquement des produits inefficaces dans les polymérisations en solutions avec des agents réticulants. Cependant quand on utilise les mêmes quantités ou des quantités plus hautes d'agents réticulants avec la technique de polymérisation en

35 émulsion on obtient des produits très efficaces. Les exemples montrent aussi que la technique de polymérisation en émulsion

seule ne donne pas des produits efficaces sans addition d'agents de réticulation. C'est cette combinaison synergétique d'un agent de réticulation et de la technique de polymérisation en émulsion qui est inattendue et est l'essence de l'invention.

Les proportions des composants de l'émulsion varient selon les composants choisis. L'invention a été limitée aux monomères cationiques solubles dans l'eau capables de donner des polymères solubles dans l'eau par polymérisation en solution par un mécanisme radicalaire. Le milieu de la suspension peut être tout fluide organique insoluble dans l'eau qui n'interfère pas avec une polymérisation radicalaire.

Les milieux préférés pour la suspension sont le benzène, le perchloréthylène, des fractions aromatiques de distillation et des hydrocarbures saturés comme l'hexane ou une huile minérale. L'agent tensioactif et sa quantité dépendent de la nature du monomère cationique et du milieu choisi.

Pour le chlorure de diméthyl-diallylammonium et le benzène, l'agent tensio-actif préféré est le sulfate sodique d'octylphénoxy-éthoxy-2-éthyle. Cependant, si on utilise une huile minérale à la place du benzène, l'agent tensio-actif préféré sera le oléyl-polyéthoxy-2-éthanol. Chaque combinaison d'un monomère cationique et d'un milieu de suspension aura la meilleure action avec un agent tensio-actif spécifique ou combinaison d'agents tensio-actifs comme l'homme de l'art peut facilement le déterminer. Les proportions de ces composants doivent être équilibrées de façon à obtenir une polymérisation stable en émulsion.

Ainsi la présente invention envisage un procédé de préparation de polymères cationiques solubles dans l'eau caractérisé en ce que

- a) - on prépare une solution aqueuse du monomère cationique et d'un monomère poly-insaturé copolymérisable ;
 - b) - on émulsionne la solution dans un liquide insoluble dans l'eau, et
 - c) - on polymérise les monomères par radicaux libres.
- Le monomère cationique peut être présent dans la

phase aqueuse en des quantités d'environ 5 à 95% de la phase aqueuse, et l'agent de réticulation en une quantité d'environ 0,005 à 5,0 moles% basé sur le monomère cationique. L'agent tensio-actif ou l'émulsifiant peut être présent à 0,5% - 10% du total du mélange. Le liquide insoluble dans l'eau formant la phase continue dans l'émulsion inversée doit représenter environ 25% à environ 90% en poids de l'émulsion totale. L'initiateur radicalaire de polymérisation doit être présent en des quantités de 10^{-7} à 10^{-1} moles par mole du monomère cationique.

REVENDECATIONS

- 1) Procédé de préparation de polymères cationiques solubles dans l'eau, caractérisé en ce que
- 5 a) - on prépare une solution aqueuse d'un monomère cationique et d'un monomère poly-insaturé copolymérisable,
b) - on émulsionne la solution obtenue dans un liquide insoluble dans l'eau, et
c) - on polymérise les monomères à l'aide de radicaux libres.
- 10 2) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la concentration du monomère cationique dans la phase aqueuse est entre environ 5% à environ 95% en poids de la phase aqueuse.
- 15 3) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la concentration du monomère poly-insaturé copolymérisable est entre environ 0,005 à 5,0 moles% basé sur le monomère cationique.
- 20 4) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'émulsification est aidée par addition d'un agent tensio-actif en une quantité d'environ 0,5 à environ 10% du poids du mélange total.
- 25 5) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le liquide insoluble dans l'eau représente environ 25 à environ 90% de l'émulsion totale.
- 30 6) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'initiateur radicalaire est ajouté en une quantité d'environ 10^{-7} à 10^{-1} moles d'initiateur par mole de monomère cationique.
- 35 7) Procédé de préparation d'un polymère cationique, caractérisé en ce qu'on prépare une solution aqueuse d'environ 5% à environ 90% en poids de chlorure de diméthyl-diallyl-ammonium et environ 0,005 moles % à environ 5 moles% (basé sur le chlorure de diméthyl-diallylammonium) de méthylènebisacrylamide, on émulsifie la solution obtenue dans un liquide insoluble dans l'eau pour former une émulsion dont le liquide in-

soluble dans l'eau représente environ 25 à environ 90% en poids, et on polymérise le mélange de monomères.

5 8) Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'on émulsifie la solution aqueuse et le liquide insoluble dans l'eau, le liquide insoluble dans l'eau formant la phase continue, en présence d'environ 0,5% à environ 10% du mélange total, d'un agent tensio-actif.

10 9) Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que la polymérisation est initiée en présence d'environ 10^{-7} à environ 10^{-1} moles d'un initiateur radicalaire par mole de monomère cationique.

15 10) Procédé de préparation d'un polymère cationique caractérisé en ce qu'on prépare une solution aqueuse d'environ 5% à environ 90% en poids de chlorure de diméthyl-diallyl-ammonium et environ 0,005 moles% à environ 5 moles%, (basés sur une mole du chlorure de diméthyl-diallylammonium) de chlorure de méthyl-triallylammonium, on émulsifie la solution obtenue dans un liquide insoluble dans l'eau pour former une émulsion dans laquelle le liquide insoluble dans l'eau représente environ 25 à environ 90% en poids, et on polymérise le mélange des monomères.

25 11) Procédé de préparation d'un polymère cationique, caractérisé en ce qu'on prépare une solution aqueuse d'environ 5% à environ 90% en poids de chlorure de diméthyl-diallyl-ammonium et environ 0,005 moles à environ 5 moles%, (basés sur les moles de chlorure de diméthyl-diéthylammonium) de chlorure de tétraallylammonium, on émulsifie la solution obtenue dans un liquide insoluble dans l'eau, pour former une émulsion dans laquelle le liquide insoluble dans l'eau représente environ 25 à environ 90% en poids, et on polymérise le mélange de monomères.

35 12) Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce qu'on émulsifie la solution aqueuse et le liquide insoluble dans l'eau, le liquide insoluble dans l'eau représentant la phase continue, en présence d'environ 0,5% à environ 10% en poids du mélange total, d'un agent tensio-actif.

13) Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que la polymérisation est initiée en présence d'environ 10^{-7} à environ 10^{-1} moles d'un initiateur radicalaire par mole du monomère cationique.

5 14) Une composition polymère soluble dans l'eau caractérisée en ce qu'elle est préparée par le procédé de la revendication 1.

10 15) Une composition polymère soluble dans l'eau, caractérisée en ce qu'elle est préparée par le procédé de la revendication 7.

16) Une composition polymère soluble dans l'eau, caractérisée en ce qu'elle est préparée par le procédé de la revendication 10.

15 17) Procédé de séparation (décantation) de l'eau des boues activées d'eaux résiduelles, caractérisé en ce qu'on ajoute à ces boues une quantité effective du polymère de la revendication 14 et qu'on filtre les boues.

20 18) Procédé de séparation de l'eau de boues activées d'eaux résiduelles, caractérisé en ce qu'on ajoute à ces boues une quantité effective du polymère de la revendication 15 et qu'on filtre ces boues.

25 19) Procédé de séparation de l'eau de boues activées d'eaux résiduelles, caractérisé en ce qu'on ajoute à ces boues une quantité effective du polymère de la revendication 16 et qu'on filtre les boues.

20) Procédé de floculation de particules solides en suspension aqueuse, caractérisé en ce qu'on ajoute à la suspension aqueuse d'environ 0,1 ppm à environ 20 ppm de la composition polymère de la revendication 14.

30 21) Procédé de préparation de polymères cationiques, caractérisé en ce qu'on prépare une solution aqueuse d'environ 5% à environ 90% en poids de chlorure de 3-acrylamido-3-méthyl-butyl-triméthylammonium et environ 0,005 moles à environ 5 moles%, (basé sur les moles de chlorure de 3-acrylamido-35 3-méthylbutyl-triméthyl-ammonium), d'un monomère poly-insaturé

copolymérisable, qu'on émulsionne la solution obtenue dans un liquide insoluble dans l'eau pour former une émulsion dans laquelle le liquide insoluble dans l'eau représente environ 25 à environ 90% en poids, et qu'on polymérise le mélange

5

de monomères.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.